

2

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re Patent Application of

TAKATOH et al.

Atty. Ref.: 1157-25

Serial No. 09/895,391

Group: 2812

Filed: July 2, 2001

Examiner:

For: ABRASIVE MOLDING AND ABRASIVE DISC
PROVIDED WITH SAME

* * * * *

August 29, 2001

Assistant Commissioner for Patents
Washington, DC 20231

SUBMISSION OF PRIORITY DOCUMENTS

Sir:

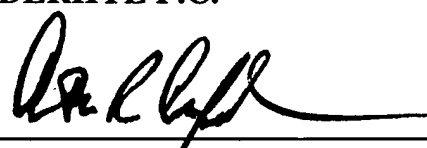
It is respectfully requested that this application be given the benefit of the foreign filing date under the provisions of 35 U.S.C. §119 of the following, a certified copy of which is submitted herewith:

<u>Application No.</u>	<u>Country of Origin</u>	<u>Filed</u>
2000-205579	JAPAN	3 July 2000

Respectfully submitted,

NIXON & VANDERHYE P.C.

By: _____


Arthur R. Crawford
Reg. No. 25,327

ARC:spc
1100 North Glebe Road, 8th Floor
Arlington, VA 22201-4714
Telephone: (703) 816-4000
Facsimile: (703) 816-4100

English Translation of the Cover Sheet

PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

Date of Application: July 3, 2000

Application Number: Japanese Patent Application
No. 2000-205579

Applicant: TOSOH CORPORATION

June 14, 2001

Commissioner,
Patent Office Kouzo Oikawa

Certificate Issuance No. 2001-3055845

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2000年 7月 3日

出 願 番 号

Application Number:

特願2000-205579

出 願 人

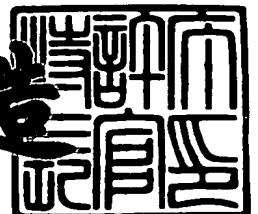
Applicant(s):

東ソー株式会社

2001年 6月14日

特 許 庁 長 官
Commissioner,
Japan Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2001-3055845

【書類名】 特許願

【整理番号】 PA211-0214

【提出日】 平成12年 7月 3日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 B24D 3/00
B24B 7/20

【発明の名称】 研磨用成形体及びそれを用いた研磨用定盤

【請求項の数】 5

【発明者】

 【住所又は居所】 神奈川県相模原市旭町 2 3 - 4 - 2 0 1

 【氏名】 高東 修二

【発明者】

 【住所又は居所】 神奈川県横浜市旭区今宿 2 - 5 2 - 1 4

 【氏名】 本間 陽子

【発明者】

 【住所又は居所】 神奈川県相模原市旭町 2 3 - 4 - 5 0 8

 【氏名】 浅野 睦己

【特許出願人】

 【識別番号】 000003300

 【氏名又は名称】 東ソー株式会社

 【代表者】 田代 圓

 【電話番号】 (03)3505-4471

【手数料の表示】

 【予納台帳番号】 003610

 【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

 【物件名】 明細書 1

 【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】明細書

【発明の名称】研磨用成形体及びそれを用いた研磨用定盤

【特許請求の範囲】

【請求項 1】遊離砥粒を含まない研磨液により被研磨材料を研磨するための成形体であって、平均粒子径が $0.005 \sim 0.3 \mu\text{m}$ の無機粒子からなり、 $0.5 \mu\text{m}$ 以上の細孔を除いた部分の成形体の相対密度が $45 \sim 90\%$ である研磨用成形体。

【請求項 2】研磨液が水又はアルカリ金属水酸化物の水溶液であることを特徴とする請求項 1 に記載の研磨用成形体。

【請求項 3】無機粒子が、シリカ、セリア又はジルコニアであることを特徴とする請求項 1 又は請求項 2 に記載の研磨用成形体。

【請求項 4】石英又はシリコンを研磨するための成形体であることを特徴とする請求項 1 ～ 3 のいずれかに記載の研磨用成形体。

【請求項 5】請求項 1 ～ 4 のいずれかに記載の研磨用成形体が付帯部品に固定されてなる研磨用定盤。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、シリコンウエハ、酸化物基板、化合物半導体基板、ガラス基板、石英ガラス基板、セラミックス基板等の基板材料や光学用レンズ、眼鏡レンズ等の光学材料などを研磨する加工プロセスや化学的機械的研磨 (Chemical Mechanical Polishing、以下「CMP」という。) プロセスで使用される研磨用成形体、それを用いた研磨用定盤及びそれらを用いた研磨方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

光学、エレクトロニクスなどの産業の進展に伴い、磁気ディスク、半導体基板、単結晶材料、光学材料等の加工に対する要求は非常に厳しくなっており、電子関係部品の仕上げ加工では材料表面を研磨加工して表面を平滑、平坦にする

必要があった。このため、従来より、材料表面に遊離砥粒を含有した研磨液を連続的に流しながら不織布タイプやスウェードタイプ等のポリッシングパッド（研磨布）で磨くという研磨処理が行われており、この際に使用される遊離砥粒としては、ダイヤモンド、酸化アルミニウム、酸化ケイ素、酸化セリウム、酸化ジルコニウム、酸化鉄、酸化チタン、酸化マンガン、炭化ケイ素、ケイ酸ジルコニウムなどが用いられていた。

【 0 0 0 3 】

しかしながら、このような遊離砥粒を用いた方法により研磨処理すると、用いられる研磨布の表面が柔らかいために研磨対象の材料（以下、研磨加工の対象とされる材料を「被研磨材料」という。）の端部などが研磨中に研磨され過ぎ、被研磨材料の全面を一様に研磨できないという非効率的な仕上がりになってしまう欠点があった。

【 0 0 0 4 】

さらに、研磨布を用いた従来の研磨方法では、遊離砥粒を含まない研磨液、例えばpHを調整した水等を用いることがほとんどの場合でできないために、遊離砥粒を含む研磨液を大量に使用する必要があり、その結果、遊離砥粒を大量に含有する研磨廃液が生じ、その処理等については研磨処理の効率、廃液処理の設備面、環境への影響を考慮すると改善されるべきものであった。

【 0 0 0 5 】

このような課題に対し、例えば特開平4-256581号公報には砥粒粒子を結合剤として用いた合成樹脂により固定化した固定砥石を研磨用として用いる固定方式の研磨方法が提案されている。これによれば、合成砥石を用いるために研磨布を用いた従来の研磨方法で生じていた被研磨材料の全面を一様に研磨できないという課題に対して効果的であることが示されている。

【 0 0 0 6 】

このような有機質の結合剤を用いる方法の他にも無機質の結合剤を用いたビトリファイド砥石や金属を結合剤に用いたメタルボンド砥石などが開示されており、合成樹脂を結合剤に用いた場合と同様に研磨布を用いた従来の研磨方法で生じていた被研磨材料の全面を一様に研磨できないという課題に対して効果的である

ことが示されている。

【 0 0 0 7 】

しかしながら、このような砥石では砥粒が結合剤を介して固定されていることから、その結合剤が研磨に携わる面にも存在するために、いわゆる目詰まりと同じ状況を発生しやすく、研磨効率、生産性が低くなってしまっていた。さらに、無機物や有機物等の結合剤による固定砥石の製造においては微細な砥粒を砥石中に均一分散させることが極めて困難であり、微細な砥粒を用いても見掛け上粗大な砥粒を用いた場合と同様になり、被研磨材料表面に欠陥を生じやすく、微細な砥粒を均一分散させるために用いる砥粒量を低減すると研磨速度が遅く、研磨効率、生産性が低くなってしまっていた。また、結合剤にアルカリ金属等の不純物を多く含有するガラス質等の無機物、樹脂等の有機物、金属等を用いるため、研磨加工条件によっては研磨加工プロセスでの被研磨材料への固定砥石からの不純物混入の影響も懸念されていた。

【 0 0 0 8 】

そこで、本発明者らは、例えば特開平 1 0 - 2 6 4 0 1 5 号公報に開示されるように、無機砥粒の一種であるシリカから主としてなる研磨用成形体が研磨加工プロセスに適用できることを見い出し、前記課題を解決するべく検討し、その結果、以下の知見を見い出した。

【 0 0 0 9 】

1) 研磨用成形体の弾性率が研磨布と比較して小さいため、被研磨材料の端部等の角が研磨中に研磨され過ぎることが非常に少なくなり、被研磨材料の全面を一樣に研磨することができる。

【 0 0 1 0 】

2) 研磨用成形体の研磨に携さわる表面が、その原料であるシリカ粉末により粗面となっていてシリカ粒子間に多数の細孔が存在するため、研磨加工におけるいわゆる目詰まりの発生を抑制することができる。

【 0 0 1 1 】

3) 研磨用成形体に結合剤を含まないので研磨加工プロセスにおいても耐熱性、耐薬品性等があり、そのため研磨液をその沸点付近の温度までの範囲で使用す

ることやその種類等を適宜選択して最適な研磨加工プロセスとすることで、研磨効率を高めることができる。

【0012】

4) 研磨用成形体が砥粒として用いられるシリカから構成されており、研磨加工プロセスにおいて、研磨用成形体に起因する被研磨材料への不純物の影響を抑制することができる。

【0013】

5) 研磨された被研磨材料の仕上がりが従来の研磨布を用いた方法と同程度であり、研磨速度の面でも同等以上であって、さらに研磨加工中においても研磨性能の経時的な劣化が少ない。

【0014】

6) 研磨に携さわる研磨用成形体の表面が、その原料であるシリカ粉末により粗面となっており、これと被研磨材料とが直接接触するために、遊離砥粒を含まない研磨液を使用して基板材料等の研磨加工プロセスへの適用も可能となる。

【0015】

7) たとえ遊離砥粒を含有する研磨剤、例えば、ダイヤモンド、酸化アルミニウム、酸化ケイ素、酸化セリウム、酸化ジルコニウム、酸化マンガン、酸化チタン、酸化マグネシウム、酸化鉄、酸化クロム、炭化ケイ素等の1種あるいはそれらの混合物など通常用いられているものを用いた場合でも、従来の研磨布を用いた方法よりも希薄な遊離砥粒濃度で十分に速い研磨速度となる。

【0016】

また、特開平10-337669号公報には無機砥粒の焼成のみにより構成した砥石が開示されている。これによれば、砥石を構成する材質や粒径、気孔率、吸水率について記載されており、特開平10-264015号公報と同様の効果が得られることが示されているが、被研磨材料として例示されているシリコンウエハの表面精度は中心線平均粗さで3nm程度であり、研磨速度に関しては認識されていないため言及されていない。

【0017】

これに対し、先の特開平10-264015号公報では、シリコンウエハの表

面精度を万能表面形状測定器 S E - 3 C (小坂研究所製) を用いて測定した結果を示してあるが、装置の測定限界値であるので、本発明者らはより精度良く測定するため、原子間力顕微鏡 (A F M) S P I 3 6 0 0 (S I I 社製) を用いて測定した。その結果、中心線平均粗さは 0. 6 ~ 1 n m であり、特開平 1 0 - 3 3 7 6 6 9 号公報に記載のものよりも優れた表面精度を得ることが可能であった。

【 0 0 1 8 】

このように特開平 1 0 - 2 6 4 0 1 5 号公報に開示した無機砥粒の一種であるシリカから主としてなる研磨用成形体はシリコンウエハ、酸化物基板、化合物半導体基板、各種ガラス基板、石英ガラス基板、セラミックス基板等の基板材料や光学材料などを研磨する加工プロセスや C M P プロセスに対して非常に好適なものであるが、被研磨材料によっては十分な特性を得ることが難しい場合があり、被研磨材料の特徴により適宜選択する必要がある。例えば、本発明者らは被研磨材料の硬度や化学的反応性等も考慮して検討してきた。

【 0 0 1 9 】

【発明が解決しようとする課題】

このように本発明者らは各種被研磨材料に対し、好適な研磨用成形体を見い出してきたが、研磨の一層の高効率化による生産性の向上及びコストダウンが望まれていた。つまり、各種被研磨材料に対して、従来の平滑面を得るためのスウェード等の研磨布を用いた研磨法では砥粒を含まない研磨液で研磨できず、また砥粒を含まない研磨液を用いた従来の固定砥粒研磨法では表面の平滑性の指標の一つである中心線平均粗さが十分なものとはいえず、このため、砥粒を含まない研磨液を用いた研磨により高精度表面を得る技術の開発が望まれていた。

【 0 0 2 0 】

本発明はこのような従来の課題に鑑みてなされたものであり、その目的は半導体基板、酸化物単結晶基板、各種ガラス基板、石英ガラス基板、セラミックス基板などの基板材料や精密加工を要する光学材料などを研磨する加工プロセスや C M P プロセスに適用でき、砥粒を含まない研磨液で有効に研磨できるためにコストダウンが可能であり、さらに廃液の問題を軽減し、従来の研磨布を用いた方法と同程度以上の研磨仕上げで研磨できる研磨用成形体及びそれを用いた研磨用定

盤を提供することにある。

【0021】

【課題を解決するための手段】

特開平10-264015号公報や特開平11-104952号公報では、研磨用成形体が特定の細孔構造を有することで研磨速度を向上させることができることを開示しており、水銀圧入法による細孔構造の測定結果を基にした細孔構造を規定し、研磨用成形体全体の構造を示している。

【0022】

本発明者らは上記の従来の課題を解決するために、特に遊離砥粒を用いず研磨用成形体のみで被研磨材料を研磨する際に、研磨用成形体の細孔構造に着目して、鋭意検討を重ねた結果、実質的に無機粒子のみからなる研磨用成形体が特定の微構造を有している場合に、このような研磨用成形体と砥粒を含まない研磨液を用いて、各種被研磨材料を研磨することで、その表面に欠陥がなく、表面の平滑性の点でも優れた、高精度な被研磨材料表面を得ることのできることを見出し、上記課題を解決して本発明を完成するに至った。

【0023】

以下、本発明を詳細に説明する。

【0024】

<研磨用成形体の特性>

本発明の研磨用成形体は、遊離砥粒を含まない研磨液により被研磨材料を研磨するための成形体であって、平均粒子径が $0.005 \sim 0.3 \mu\text{m}$ の無機粒子のみからなり、 $0.5 \mu\text{m}$ 以上の細孔を除いた部分の成形体の相対密度が $45 \sim 90\%$ である研磨用成形体である。

【0025】

遊離砥粒を含まない研磨液とは、例えば、通常研磨加工に供される砥粒である、ダイヤモンド、酸化アルミニウム、酸化ケイ素、酸化セリウム、酸化ジルコニウム、酸化マンガン、酸化チタン、酸化マグネシウム、酸化鉄、酸化クロム、炭化ケイ素等の1種あるいはそれらの混合物といった無機粒子を含まない水溶液や有機溶液を意味する。ただし必要に応じて、酸、アルカリ、キレート剤、酸化剤

、還元剤等の可溶性研磨促進剤等をその溶液中に含んでも差し支えない。このような遊離砥粒を含まない研磨液を例示すれば、水、塩酸、硫酸、硝酸等の鉱酸を含む水溶液、ギ酸、酢酸、シュウ酸、マロン酸、キナリン酸、クエン酸、酒石酸、コハク酸等の有機酸を含む水溶液、水酸化リチウム、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化ルビジウム、水酸化カルシウム等のアルカリ金属やアルカリ土類金属の水酸化物を含む水溶液、アンモニア水、EDTA等のキレート剤を含む水溶液、あるいは過酸化水素、過マンガン酸カリウム、亜硫酸アトリウム、亜硫酸カリウム等の酸化剤や還元剤を含む水溶液などが挙げられる。これらの内でも被研磨材料にエッチング効果も付与して研磨効率をさらに向上させることから、アルカリ金属やアルカリ土類金属の水酸化物を含む水溶液が、また、経済的あるいは廃液処理等の面から水が好ましく用いられる。

【 0 0 2 6 】

本発明の研磨用成形体に用いられる無機粒子は、被研磨材料との適合性を考慮して適宜選択されるものであり、具体的には、酸化アルミニウム、酸化ケイ素、酸化セリウム、酸化ジルコニウム、酸化マンガン、酸化チタン、酸化マグネシウム、酸化鉄、酸化クロム、酸化イットリウム等の酸化物や、炭化ケイ素、炭化ホウ素、窒化ホウ素等の非酸化物を用いることができ、さらに酸化ジルコニウムについては、安定化剤として酸化イットリウム、酸化スカンジウム、酸化インジウム、酸化セリウム等の希土類酸化物、酸化マグネシウム、酸化カルシウム等、を固溶させた酸化ジルコニウムも用いることができる。これらの無機粒子は、1種単独で用いることもできるが、任意の2種以上を混合して用いてもよい。ここで、被研磨材料との適合性とは、例えば被研磨材料の硬度、靱性等の物理的特性や化学的反応性等の化学的特性等に対して、要求される被研磨材料の仕上げ表面精度、平坦性、研磨速度等を総合的に判断して選択されることを意味する。

【 0 0 2 7 】

本発明の研磨用成形体は、実質的に前記の無機粒子のみから構成された立体的構造体であり、その研磨に携わる面が研磨加工プロセスにおいて被研磨材料に直接接触できる態様をなしているものである。

【0028】

研磨用成形体の平均粒子径の範囲としては、得られる研磨用成形体を用いて研磨する際に、被研磨材料の平滑な面を得ることができるように、 $0.005 \sim 0.3 \mu\text{m}$ の範囲が好ましい。この理由は、多くの場合、遊離砥粒を含まない研磨液を用いた研磨において、研磨用成形体の平均粒子径は小さいほど被研磨材料の表面精度は良くなる傾向にあるが、実質的に1次粒子径が $0.005 \mu\text{m}$ よりも小さい粉末が得られにくいことから、實際上 $0.005 \mu\text{m}$ よりも小さい平均粒子径の研磨用成形体も得られにくく、また、平均粒子径が $0.3 \mu\text{m}$ より大きくなると研磨された被研磨材料の表面平滑性が悪化してしまうことがあるからである。尚、ここでいう平均粒子径とは、研磨用成形体の粒子径を意味しており、例えば実施例に記載の通り、走査型電子顕微鏡（SEM）観察を行い、インターセプト法により算出できる。

【0029】

本発明の研磨用成形体は、成形体中に存在する細孔の内の $0.5 \mu\text{m}$ 以上の細孔を除いた部分、すなわち、 $0.5 \mu\text{m}$ 未満の細孔と無機粒子から構成される部分の成形体の相対密度が、 $45 \sim 90\%$ の範囲であることが好ましく、さらに $45 \sim 75\%$ の範囲が好ましい。この相対密度が 45% を下回ると、研磨加工において、研磨用成形体の消耗が著しくなり、また脱落粒子による欠陥の発生が起こるため好ましくない。また 90% を上回ると、被研磨材料の研磨用成形体との接触面に欠陥を発生させるといったことが起こることがあり、好ましくない。 $45\% \sim 75\%$ の好適な範囲では、被研磨材料の研磨後の表面の平滑性は極めて良好な面となる。ここで、研磨用成形体の $0.5 \mu\text{m}$ 以上の細孔を除いた部分の相対密度の算出法は、実施例にも示されるように、電子顕微鏡により研磨用成形体の表面を観察し、インターセプト法などの手法を用いて成形体中の細孔径、粒子径などの成形体の微構造を求めた後、 $0.5 \mu\text{m}$ 以上の細孔の相対容積率から $0.5 \mu\text{m}$ 以上の細孔を除いた部分の密度を算出し、これを基に $0.5 \mu\text{m}$ 以上の細孔を除いた部分の相対密度が算出される。

【0030】

＜研磨用成形体の製造法＞

本発明の研磨用成形体の製造方法は前記特性を有する研磨用成形体を得ることのできる方法であれば特に限定されるものではなく、無機粒子からなる粉末を用いて成形する、あるいは成形の後に焼成等の加工処理を行うなどの方法を例示することができる。

【0031】

さらに具体的に本発明の研磨用成形体の製造法を示すと、原料粉末に圧力をかけて成形して適当な形状、大きさの成形体とし、その後必要に応じて加工して研磨に用いられる成形体とするものである。

【0032】

ここで、圧力をかけて成形する場合、例えばプレス成形等の成形法が例示でき、その圧力条件としては、特に限定されるものではなく、公知の条件にて行うことができる。また、鑄込み成形、射出成形、押し出し成形なども適用できる。

【0033】

さらに、成形する際に原料粉末の成形性を向上させるために原料粉末に処理を施してもよい。その具体的な処理の方法としては、例えば圧密する方法などが挙げられるが、その条件は特に限定されるものではない。また、同様に原料粉末の成形性を向上させるため、スプレードライ法や転動法などにより造粒したり、バインダー、ワックス等を添加してもよい。

【0034】

また、原料粉末より無機粒子からなる成形体への成形性を向上させるために成形前に原料粉末へワックスやバインダーなどの有機物を添加する場合には、研磨用成形体への加工に際し、脱脂することが好ましい。脱脂の方法は特に限定されるものではないが、例えば大気雰囲気下での加熱による脱脂、又は窒素、アルゴン、ヘリウムなどの不活性雰囲気中での加熱脱脂などが挙げられる。この時の雰囲気ガスの圧力は加圧下又は常圧下、場合によっては減圧下であってもよい。また同様に、成形性を向上させるために、水分を添加し、その後の焼成操作の前に乾燥させることもできる。

【0035】

さらに、この原料粉末に対して、研磨用成形体の細孔構造を制御するために細

孔を導入するための造孔剤を混合しても良い。この造孔剤の種類としては、各種有機物粉末、カーボン粉末等を例示することができる。

【 0 0 3 6 】

次に、成形体、殊にバインダーを取り除いた成形体は、一般的には強度が脆く、その強度を上げ、研磨加工に用いるためにその耐久性を向上させるために、得られた成形体に対して加熱による焼成等の加工を行うことが好ましい。しかし、耐久性を向上させる方法としては、加熱焼成に限定されるものではなく、例えば、成形体の細孔中に物質を導入する方法を採用することもできる。

【 0 0 3 7 】

加熱焼成の場合の焼成条件は特に限定されるものではないが、焼成温度、焼成時間、焼成プログラム、焼成雰囲気等を適宜選択すればよい。

【 0 0 3 8 】

このように無機粒子からなる成形体より研磨用成形体への加工方法としては、加熱脱脂、加熱焼成、機械加工、化学処理、物理処理、あるいはこれらの組み合わせ等による方法が例示できるが、研磨用成形体として研磨作業に使用できる強度を付与できる加工方法であれば特に限定されるものではない。

【 0 0 3 9 】

＜研磨用定盤の構成＞

次に、この研磨用成形体を研磨用の定盤として組み込み、さらにこれを用いて研磨する方法について説明する。

【 0 0 4 0 】

まず、研磨用成形体と研磨用の付帯部品とを用いて研磨用定盤が形成される。ここで、付帯部品とは研磨用定盤を構成する種々の材質、形状の構造体であり、この付帯部品に対して研磨用成形体を以下に示される手法により配置し、固定することで研磨用定盤が形成される。両者の固定の方法としては、接着剤を用いて接着して固定する方法、付帯部品に凹凸を形成させ、その固定場所へ埋め込む方法など、本発明の目的を達成できる方法であれば制限なく用いることができる。

【 0 0 4 1 】

研磨用成形体を研磨用の付帯部品へ固定する際の研磨用成形体の個数について

は、1個又は2個以上用いればよく、さらに2個以上用いることが好ましい。この理由としては、以下のことなどが考えられる。しかしながら、これらは本発明を限定するものではない。

【0042】

研磨加工プロセスにおいて用いられる研磨液を研磨中に適切に排出することで研磨速度を向上させるためである。このため、研磨用成形体を2個以上用いて研磨用定盤を形成させた場合には、研磨用成形体の間の隙間より研磨液の排出ができる。また、1個を用いた場合には、成形体の研磨面の側に研磨液を排出できる適当な溝の構造を持たせることが好ましい。

【0043】

研磨用成形体を2個以上用いて研磨用定盤を形成させた場合には、研磨用成形体と被研磨材料の摺擦面への研磨液の供給が改善され、被研磨材料全面の研磨速度に偏りなく、効率よく研磨できるようになる。

【0044】

用いられる研磨用成形体の形状は前記したように特に限定されるものではなく、研磨用成形体が研磨用の付帯部品へ装着できるものであればどのような形状のものも採用できる。例えば円柱状ペレットや、四角柱状ペレット、三角柱状ペレットなどの角柱状ペレット、扇型柱状ペレット、あるいはそれらの中心を繰り抜いたリング状ペレット等を例示でき、さらには、被研磨材料との接触面が直線と曲線を組み合わせてできるあらゆる形状のものも例示できる。又、その大きさは通常用いられる範囲であれば特に限定されるものではなく、研磨用定盤中の研磨用成形体を組み込むための付帯部品の大きさに応じて決められる。

【0045】

本発明において用いられる研磨用成形体を研磨用定盤として配置する際の配置方法の態様としては、前記記載の研磨用成形体の特性を有するものを組み合わせるのであれば特に限定されるものではなく、例えば、研磨用成形体の小片を組み合わせて一体化する方法、大きな円板に埋め込む方法などが挙げられる。

【0046】

このような研磨用成形体を2個以上研磨用定盤へ配列させる場合には配置され

た研磨用成形体の研磨面を被研磨材料の形状に合うように整えることが望ましい。この場合、付帯部品についてその形状に合ったものを選択しても良い。例えば、被研磨材料表面が平坦な場合にはその研磨用成形体の被研磨材料との接触面を平坦化することが望ましく、曲面状の場合にはそれに合った曲面状とすることが望ましい。これは、得られた研磨用定盤を用いて研磨加工する際に、被研磨材料と研磨用成形体が直接接触できるようになっているため、その接触面を多く取ることができるようにするためである。特に平坦化する場合は、研磨用定盤からの垂直方向の高さに対してばらつきがないように配置することが好ましい。

【 0 0 4 7 】

< 研磨用定盤を用いた研磨方法 >

このようにして研磨用定盤に研磨用成形体を組み込むわけであるが、本発明の研磨用定盤を用いて研磨する方法においては、定盤として研磨加工プロセスにおいて使用されるものであれば、その形状、研磨条件、研磨液等の使用の有無等については特に限定されるものではない。例えば、研磨液を使用する場合には、従来より用いられてきた研磨液を用いることでよく、例えば水、水酸化カリウム水溶液、水酸化ナトリウム水溶液、アミン、有機酸を含む水溶液、無機酸を含む水溶液などを用いることができ、その温度もこれら研磨液の沸点よりも低い温度の範囲であれば、特に限定されるものではない。また研磨液の流量に関しても特に限定されるものではない。研磨条件に関しても、加工圧力、被研磨材料と定盤の研磨加工中の相対速度（研磨用定盤の回転速度）など、特に限定されるものではない。

【 0 0 4 8 】

ここで研磨用定盤とは、組み込まれた研磨用成形体が被研磨材料に対して直接接触して研磨するために用いられ、研磨加工プロセスにおいて十分な強度を有し、かつ被研磨材料と同じ形状を有するだけでなく、必要に応じて非平面の形状を有していてもよい。例えば、平板状、円盤状、リング状、円筒状等を挙げることができる。

【 0 0 4 9 】

また、本発明の研磨方法においては研磨布を用いないため、研磨中に従来の方

法において見られた、研磨布の性能劣化によるその取換え等による研磨作業の中断については、本発明の研磨用成形体を用いることで耐久性が向上し、取り替え頻度を減少できるため研磨作業の効率化が達成できるという利点を有している。

【0050】

さらに、従来の研磨剤による方法において生じる遊離砥粒を含んだ研磨廃液については、本発明の研磨用成形体を用いることで遊離砥粒を用いなくすることが可能であるため、廃液処理の問題が軽減される。

【0051】

本発明の研磨用成形体、それを用いた研磨用定盤は、半導体基板、酸化物基板、各種ガラス基板、石英ガラス基板等の基板材料、磁気ヘッド材料、各種ガラス、金属材料、レンズ等の光学材料、建築分野等に使用される石材等の研磨、またCMP工程にも有用である。この内、従来の研磨布を用いた方法に比べ面だれがないために研磨された材料を有効にできることもあり、基板材料やCMP工程に好ましく用いられ、半導体構造等を平坦化するのに特に有用である。

【0052】

【実施例】

以下、本発明を実施例を用いてさらに詳細に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。なお、各評価は以下に示した方法によって実施した。

【0053】

～研磨用成形体の微構造～

研磨用成形体をアクリル樹脂で包埋後、ミクロトームで切断して観察面を作製した。この観察面を走査型電子顕微鏡 I S I D S - 1 3 0 (明石製作所製) で観察した。各種倍率で撮影した電子顕微鏡写真を無機粒子をインターセプト法により平均粒子径を求めた。

【0054】

また、研磨用成形体の $0.5 \mu\text{m}$ 以上の細孔を除いた相対密度 (Q) は次の方法により算出した。まず研磨用成形体の表面を走査型電子顕微鏡で観察し、インターセプト法により細孔径の分布を算出することにより、研磨用成形体の $0.5 \mu\text{m}$ 以上の細孔の研磨用成形体全体積に対する相対容積率 (P V) を算出した。

次いで、サンプリングした研磨用成形体の体積（V）と重量（W）より、研磨用成形体中の $0.5\mu\text{m}$ 以上の細孔を除いた部分の密度（DD）を、 $W / \{ (1 - PV) \times V \}$ として算出した。次に研磨用成形体をJIS-R-2205に準拠して、真密度（DT）を算出し、研磨用成形体の $0.5\mu\text{m}$ 以上の細孔を除いた部分の相対密度（Q）を、 DD / DT として算出した。

【0055】

～研磨試験～

研磨用成形体を研磨装置PLANOPOL/PEDEMAX2（Struers製）の下定盤（直径300mm）に90mm×90mm×10mm（厚さ）の四角柱状成形体を5個と、厚さ10mmで短辺90mmの直角二等辺三角柱状成形体を4個装着し、研磨用成形体の表面を平坦に整えた。これを下定盤回転数300rpm、所定加工圧力のもとで、表2～4に示した被研磨材料（45mm×45mm角）を用い、研磨液a（蒸留水（pH6～7、室温））、研磨液b（KOH水溶液（pH=10.5、室温））、研磨液c（5重量%の平均粒子径 $0.2\mu\text{m}$ の CeO_2 スラリー（pH6～7、室温））、研磨液d（20重量%の平均粒子径 $0.08\mu\text{m}$ のコロイダルシリカスラリー（pH=10.5、室温））を用いて、流量200ml/分で流通させながら研磨した。

【0056】

研磨後の被研磨材料表面を光学顕微鏡で観察し、スクラッチやピット等の欠陥のない良好な面である場合を○、欠陥が有る場合を×とした。また研磨用成形体の消耗において、無機粒子の脱落がほとんど無く、その消耗が小さい場合を○、成形体の消耗が大きく、研磨用成形体による研磨を行うに供しない場合または脱落粒子による欠陥の発生が有る場合を×とした。

【0057】

～表面精度～

研磨処理後の被研磨材料の表面粗さを原子間力顕微鏡（AFM）SPI3600（SII社製）を用い、コンタクトモードによる斥力測定法により測定した。測定は被研磨材料の $5\mu\text{m} \times 5\mu\text{m}$ の範囲を3領域ずつ任意に中心線平均粗さ（Ra）を測定して平均値を求めた。

【 0 0 5 8 】

＜研磨用成形体の製造＞

表 1 に示す特性の粉末を原料とし、場合によっては有機物粉末（例えば、ポリビニルアルコール粉末、馬鈴薯でんぷん、メタクリル酸ブチル粉末、パラフィンワックス粉末など）を混合し、その粉末を $50 \sim 3000 \text{ kg/cm}^2$ の圧力で成形した後、 $700 \sim 1500^\circ\text{C}$ で焼成して研磨用成形体 1 ～ 15 を得た。これらの研磨用成形体を前記記載の方法により評価した。表 1 にその結果を示す。

【0059】

【表1】

研磨用成形体No. 原料粉末	無機粒子組成 平均粒子径 (μm) 0.5 μm 以上の細孔を除いた部分の相対密度 (%)	1	2	3	4	5	6
		CeO ₂ 0.11	CeO ₂ 0.14	CeO ₂ 0.18	CeO ₂ 0.32	CeO ₂ 0.07	CeO ₂ 0.23
研磨用成形体		55	72	84	81	41	92
研磨用成形体No.		7	8	9	10	11	12
原料粉末	無機粒子組成 平均粒子径 (μm) 0.5 μm 以上の細孔を除いた部分の相対密度 (%)	3mol%Y ₂ O ₃ -ZrO ₂ 0.1	3mol%Y ₂ O ₃ -ZrO ₂ 0.15	3mol%Y ₂ O ₃ -ZrO ₂ 0.2	3mol%Y ₂ O ₃ -ZrO ₂ 0.37	3mol%Y ₂ O ₃ -ZrO ₂ 0.08	3mol%Y ₂ O ₃ -ZrO ₂ 0.29
研磨用成形体		48	62	76	78	42	94
研磨用成形体No.		13	14	15			
原料粉末	無機粒子組成 平均粒子径 (μm) 0.5 μm 以上の細孔を除いた部分の相対密度 (%)	SiO ₂ 0.14	SiO ₂ 0.18	SiO ₂ 0.07			
研磨用成形体		47	63	32			

【 0 0 6 0 】

＜研磨用成形体による研磨とその評価＞

実施例 1 ～ 3、比較例 1 ～ 4

表 2 に示される、被研磨材料（石英ガラス）と表 2 に記載の研磨用成形体（ CeO_2 ）及び研磨液を各々の実施例及び比較例において用い、加工圧力を 100 g/cm^2 として上記の研磨試験に従って研磨した。表 2 には研磨試験により得られた研磨成形体の消耗、被研磨材料表面の欠陥の有無、中心線平均粗さ（ R_a ）を示す。

【 0 0 6 1 】

【表 2】

	実施例 1	実施例 2	実施例 3	比較例 1	比較例 2	比較例 3	比較例 4
用いた研磨用成形体 No.	1	2	3	4	5	6	2
被研磨材料の材質	石英ガラス	石英ガラス	石英ガラス	石英ガラス	石英ガラス	石英ガラス	石英ガラス
研磨液	a	a	a	a	a	a	c
評価	成形体消耗	○	○	○	○	×	○
	研磨面の欠陥の有無	○	○	○	○	×	○
	中心線平均粗さ (nm)	0.11	0.12	0.15	0.31	—	0.51

【 0 0 6 2 】

以上の実施例 1 ～ 3 では被研磨材料表面の中心線平均粗さ（ R_a ）は $0.11 \sim 0.15 \text{ nm}$ となり非常に良好に研磨できたが、比較例 1 では研磨用成形体の平均粒子径が大きいために中心線平均粗さ（ R_a ）は悪い結果となった。比較例 2 では成形体の消耗が大きく、その脱落粒子により被研磨材料表面に欠陥が発生し、良好に研磨できなかった。さらに、比較例 3 では成形体の消耗は小さいが研磨された被研磨材料表面に欠陥が多く観察された。 CeO_2 砥粒を含む研磨液による比較例 4 では、成形体の消耗や被研磨材料表面の欠陥は観察されなかったが、中心線平均粗さ（ R_a ）が悪い結果となった。

【 0 0 6 3 】

実施例 4 ～ 6、比較例 5 ～ 8

研磨用成形体の材料の違いによる例として、上記実施例及び比較例と同様に、表 3 に示される被研磨材料（石英ガラス）と表 3 に記載の研磨用成形体（ $3 \text{ mol} \% \text{Y}_2\text{O}_3$ が ZrO_2 に固溶している成形体）及び研磨液を各々の実施例及び比

較例において用い、加工圧力を 100 g/cm^2 として上記の研磨試験に従って研磨した。表3には研磨試験により得られた研磨成形体の消耗、被研磨材料表面の欠陥の有無、中心線平均粗さ (Ra) を示す。

【0064】

【表3】

	実施例4	実施例5	実施例6	比較例5	比較例6	比較例7	比較例8
用いた研磨用成形体No.	7	8	9	10	11	12	8
被研磨材料の材質	石英ガラス	石英ガラス	石英ガラス	石英ガラス	石英ガラス	石英ガラス	石英ガラス
研磨液	a	a	a	a	a	a	c
評価							
成形体消耗	○	○	○	○	×	○	○
研磨面の欠陥の有無	○	○	○	○	×	×	○
中心線平均粗さ (nm)	0.13	0.09	0.17	0.39	—	—	0.57

【0065】

実施例4～6では被研磨材料表面の中心線平均粗さ (Ra) は $0.09 \sim 0.17\text{ nm}$ となり、実施例1～3と同様に非常に良好に研磨できたが、比較例5では比較例1と同様に研磨用成形体の平均粒子径が大きいために中心線平均粗さ (Ra) は悪い結果となった。比較例6においても比較例2と同様に成形体の消耗が大きく、その脱落粒子により被研磨材料表面に欠陥が発生し、良好に研磨できなかった。さらに、比較例7においても比較例3と同様に成形体の消耗は小さいが研磨された被研磨材料表面に欠陥が多く観察された。 CeO_2 砥粒を含む研磨液による比較例8においても比較例4と同様に、成形体の消耗や被研磨材料表面の欠陥は観察されなかったが、中心線平均粗さ (Ra) が悪い結果となった。

【0066】

実施例7～8、比較例9～10

被研磨材料と研磨用成形体の材料の違いによる例として、表4に示される被研磨材料 (シリコン) と、表4に記載の研磨用成形体 (SiO_2) 及び研磨液を各々の実施例及び比較例において用い、加工圧力を 500 g/cm^2 として、上記の研磨試験に従って研磨した。この研磨液bのように遊離砥粒ではない可溶性研磨促進剤を入れることも効果的である。表4には上記と同様に研磨試験により得られた研磨成形体の消耗、被研磨材料表面の欠陥の有無、中心線平均粗さ (Ra) を示す。

【0067】

【表 4】

		実施例 7	実施例 8	比較例 9	比較例 10
用いた研磨用成形体No.		13	14	15	13
被研磨材料の材質		シリコン	シリコン	シリコン	シリコン
研磨液		b	b	b	d
評価	成形体消耗	○	○	×	○
	研磨面の欠陥の有無	○	○	×	○
	中心線平均粗さ (nm)	0.18	0.22	—	0.45

【0068】

実施例 7～8 では被研磨材料表面の中心線平均粗さ (Ra) は 0.18～0.22 nm となり、実施例 1～3 と同様に非常に良好に研磨できたが、比較例 9 では比較例 2 及び 6 で認められた以上に成形体の消耗が大きく、実質的に研磨が不可能であった。コロイダルシリカ砥粒を含む研磨液による比較例 10 においても比較例 4 及び 8 と同様に、成形体の消耗や被研磨材料表面の欠陥は観察されなかったが、中心線平均粗さ (Ra) が悪い結果となった。

【0069】

【発明の効果】

本発明によれば、遊離砥粒を含まない研磨液による研磨加工プロセスが可能であり、遊離砥粒コストに相当するコストダウンと同時に研磨廃液処理をほとんど生じることがなく、従来法と同程度以上の表面精度に基板材料や光学材料などを研磨加工することができる。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】

基板材料や光学材料などを研磨する加工プロセスやCMPプロセスに適用でき、砥粒を含まない研磨液で有効に研磨できるためにコストダウンが可能であり、さらに廃液の問題を軽減し、従来の研磨布を用いた方法と同程度以上の研磨仕上げで研磨できる研磨用成形体及びそれを用いた研磨用定盤を提供する。

【解決の手段】遊離砥粒を含まない研磨液により被研磨材料を研磨するための成形体であって、平均粒子径が $0.005 \sim 0.3 \mu\text{m}$ の無機粒子からなり、 $0.5 \mu\text{m}$ 以上の細孔を除いた部分の成形体の相対密度が $45 \sim 90\%$ である研磨用成形体及びそれを用いた研磨用定盤を用いる。

【選択図】 なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000003300]

1. 変更年月日 1990年12月 2日

[変更理由] 住所変更

住 所 山口県新南陽市開成町4560番地

氏 名 東ソー株式会社